



CASA

第三代半导体产业技术创新战略联盟
China advanced semiconductor industry
innovation alliance

团体标准

T/CASA 010 《GaN 材料中痕量杂质浓度及分布的二次离子质谱检测方法(征求意见稿)》

编制说明

2019 年 8 月

目录

一、工作简况	1
1. 任务来源	1
2. 标准制定的意义	1
3. 起草单位	1
4. 编制过程	2
二、标准主要内容	2
1. 修订原则及流程	2
2. 主要技术内容的说明	2
2.1 适用范围	2
2.2 规范性应用文件	3
2.3 术语及定义	3
2.4 方法原理	3
2.5 干扰因素	3
2.6 试样准备	4
2.7 测试方法	4
2.8 结果计算	4
三、重大分歧意见的处理经过和说明	5
四、工作组层面征求意见情况	5
五、标准的属性	5
六、专利的知识产权说明	5
七、国外相关法律、法规和标准情况的说明	5
八、其他说明事项	5
附表 1 重要意见的采纳情况	6

《GaN 材料中痕量杂质浓度及分布的二次离子质谱检测方法（征求意见稿）》

编制说明

一、工作简况

1. 任务来源

为提高半导体材料 GaN 中痕量杂质的检测精度，改善 GaN 基电子器件的性能，2019 年第三代半导体产业技术创新战略联盟（CASA）标准化委员会于 2019 年 8 月正式立项联盟标准 CSA010-201X《氮化镓材料中痕量杂质浓度及分布的二次离子质谱检测方法》。

2. 标准制定的意义

GaN 作为第三代先进半导体材料，以其优异的电学性能在微电子技术领域具有非常广泛的应用。近年来，GaN 以其禁带宽度大、击穿电场高、电子饱和漂移速度大、热导率高等优点得到了迅速发展。其电子饱和漂移度高，介电常数小，绝缘性能和散热性能良好，有利于器件在高温、大功率下工作，是微波器件的首选材料。此外，GaN 基电子器件在高频和高功率条件下具有比第二代半导体材料更为出色的工作性能，有望在通讯基站、电力工业、军事应用等方面发挥重要作用。

尽管国际上对先进半导体材料的研究取得了相当成就，但受材料本身一些因素的限制使得材料的研究和进一步应用陷入瓶颈。例如半导体材料中的痕量杂质元素浓度及分布的高精度检测仍是一技术难题，而痕量杂质元素浓度及分布对其微电子器件的性能具有重大的影响。半导体中的痕量杂质元素浓度及其分布高精度表征技术是制造各类先进半导体材料及器件的关键因素，因此制定出一套相应的标准对于半导体材料在微电子器件中的应用具有重要的理论意义和实际应用价值。

3. 起草单位

北京科技大学
中国科学院半导体研究
深圳第三代半导体研究院
中国科学院苏州纳米所
北京大学
.....

4. 编制过程

2019年3月,《氮化镓材料中痕量杂质浓度及分布的二次离子质谱检测方法标准》(下文统一简称《标准》)标准计划立项。

2019年3-4月,组建起草组,起草组成员包括:北京科技大学、中国科学院半导体研究所、深圳第三代半导体研究所、中国科学院苏州纳米所、北京大学。

2019年5月在中国科学院半导体研究所召开起草组第一次会议。会议讨论了GB/T 29851-2013和GB/T 25186-2016两个标准内容之间的异同点,参照以上标准据初步制定《标准》初稿。另外,在本月通过电话会议的形式再次对《标准》初稿内容进行了讨论,并就具体内容进行分工。

2019年6月,根据起草组内各成员单位完成的工作进行讨论,并对《标准》初稿中的争议点进行讨论,最终,完成各部分内容的合稿,并形成《标准》讨论稿。

2019年7月,邀请国内相关专家,在中国科学院半导体研究所召开联盟标准技术研讨会,对讨论稿有异议内容进行讨论,并定向征求了国内有关专家和技术人员的意见。

2017年8月,完成标准草案,在工作组层面征集意见。

2017年9月,起草组内各成员单位通过电话会议就草案反馈意见进行讨论,针对讨论结果安排后续修改工作,向意见人反馈讨论结果,并形成征求意见稿。

二、标准主要内容

1. 修订原则及流程

以GB/T 29851-2013(光伏电池用硅材料中B、Al受主杂质含量的二次离子质谱测量方法)为主干,结合GB/T 25186-2016(表面化学分析二次离子质谱由离子注入参考物质确定相对灵敏度因子),并据具体内容和氮化镓中痕量杂质检测方法进行《标准》的制定。内容均在广泛调研的基础上,先由起草组内讨论后提出标准初稿,然后再以通讯和会议两种形式听取国内有关专家和技术人员的意见,反复修改、增补和删除后,形成标准草案。

2. 主要技术内容的说明

本节的内容采用本文的编排方式,与标准中对应内容的章节编号并不一致。

2.1 适用范围

本标准界定了氮化镓材料中痕量杂质浓度及分布的二次离子质谱检测方法相关的术语、定义和测试方法,适用于半导体氮化镓材料中痕量杂质(硅、铝、锌、铁)浓度及分布的二次离子质谱检测等领域,其它杂质的检测也可参照本标准。

2.2 规范性应用文件

- GB/T 14264 界定的以及下列术语和定义适用本文件
GB/T 22461 表面化学分析词汇
GB/T 25186 表面化学分析二次离子质谱由离子注入参考物质确定相对灵敏度因子
GB/T 29851 光伏电池用硅材料中 B、Al 受主杂质含量的二次离子质谱测量方法
GB/T 36705 氮化镓衬底片载流子浓度的测试拉曼光谱法

2.3 术语及定义

GB/T 14264、GB/T 22461 界定的以及下列术语和定义适用本文件。

2.4 方法原理

该部分内容对应《标准》的第 4 章内容，详细阐述了二次离子质谱仪检测半导体氮化镓材料中的痕量杂质硅、铝、锌、铁浓度及分布的方法原理。经过讨论和征求意见后决定予以保留 GB/T 29851-2013 中的一般性描述，对部分内容做出以下主要改动：

- (1) 补充了痕量杂质定量分析的具体操作方法，即通过计算相对灵敏度因子，将时间-离子强度曲线转化为深度-浓度曲线。
- (2) 补充了二次离子质谱仪工作原理图，具体原理见图 1。

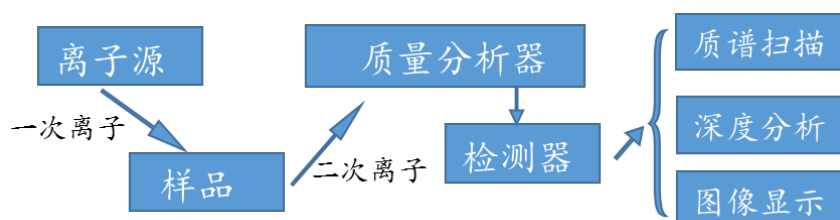


图1 二次离子质谱仪工作原理图

2.5 干扰因素

本部分内容对应《标准》的第 5 章内容，描述了氮化镓材料在进行痕量杂质浓度及分布的检测过程中存在的干扰因素。由于 GB/T 29851-2013 中的大部分内容适用且采用的也是二次离子质谱仪的检测方法，经过讨论和征求意见后决定予以保留，对比 GB/T 25186-2016，对部分内容做出以下主要改动：

- (1) 删除“在样品架窗口范围内的样品表面应平整，以保证每个样品移动到分析位置时，其表面与离子收集光学系统的倾斜度不变，否则测量的准确度和精度会降低”这一项。经过广泛讨论后认为标准中要求的样品架窗口范围内的样品表面应平整，这是对样品表面的要求，与干扰因素中的“样品表面粗糙度对检测结果有影响”相互重复，因此删除该项。

(2) 删除“标准样品中硅、铝、锌、铁分布不均匀会影响测量精度”这一项。经过广泛讨论后认为，既然确定为标准样品，其中的目标杂质元素就应该是非常均匀的，不然无法被当做标准样品。该说法自相矛盾，因此删除该项。

2.6 试样准备

该部分内容对应《标准》的第7章内容，描述了半导体材料氮化镓在用二次离子质谱仪进行痕量杂质检测时，对检测样品的要求。由于 GB/T 29851-2013 中的大部分内容适用且采用的也是二次离子质谱仪的检测方法，经过讨论和征求意见后决定予以保留，对比 GB/T 25186-2016，对部分内容做出以下主要改动：

- (1) 规范了标准样品的尺寸大小，其具体尺寸约为 10mm×10mm。
- (2) 规范了空白样品的尺寸大小，其具体尺寸约为 10mm×10mm。
- (3) 规范了测试样品的尺寸大小，其具体尺寸约为 10mm×10mm。

2.7 测试方法

该部分内容对应《标准》的第8章内容。为了使氮化镓中痕量杂质的检测具有更高的精确度，同时优化二次离子质谱仪的检测极限，在对二次离子质谱仪进行操作时，应当对设备的相关参数进行优化，以达到高精度、低检测限的要求。通常对检测限有影响的参数如表1所示，在开始实验前，应根据基底材料及杂质元素的性质，选择最优的测试条件，以达到最好的检测结果。

另外，为验证测试结果的可靠性，本标准对每个样品中检测点的取点方法进行了介绍，基于测试材料的尺寸大小约为 10mm×10mm，通常采用的取点方法为 5 点取样法，借此以避免样品的不均匀性给实验结果带来的影响。

表 1 氮化镓中痕量杂质的检测相关参数

参数 样品	一次离子 源	一次离子 束流	一次离子 能量	溅射面积	分析面积	相对灵敏 度因子
1						
2						
3						
...						

2.8 结果计算

该部分内容对应《标准》的第9章内容，具体地给出了利用相对灵敏度因子法将时间-强度曲线转化为深度-浓度曲线，实现了氮化镓材料中杂质的定量分析。由于 GB/T 29851-2013 中对杂质元素的定量分析也是采用相对灵敏度因子法，其结果计算板块大部分内容适用，经过讨论和征求意见后决定予以保留。

三、重大分歧意见的处理经过和说明

本标准在起草的过程中通过邮件、会议等形式，反复征求意见并修改，在征求起草组内部相关专业成员的意见的同时，也积极征求了起草组以外行业专家的意见。对于个别术语的定义，实在不能统一的，以征求起草组成员多数意见为准。现提交的标准稿已经过充分讨论，全体起草组成员同意送审，无原则性分歧意见。

四、工作组层面征求意见情况

2019年8月，起草组就《标准（草案）》向工作组内各单位征求意见，共收到征求意见数目5条。起草组于9月就收到的意见通过电话会议进行讨论，确认采纳、部分采纳的意见5条，未采纳0条。重要意见的采纳情况见附表1。

五、标准的属性

本标准为团体标准、本标准为首次发布。

六、专利的知识产权说明

本标准规定的内容不涉及专利。

七、国外相关法律、法规和标准情况的说明

该标准属方法标准，不涉及国外相关法律、法规。目前国外尚无同类标准。

八、其他说明事项

无

附表 1 重要意见的采纳情况

序号	涉及章节	意见内容	采纳情况	理由
1	3.1	建议在术语部分对相对灵敏度因子的定义进行介绍	采纳	相对灵敏度因子在二次离子质谱仪对材料进行定量分析过程中起着至关重要的作用,也是通过此方法能够对材料进行深度分析,因此,需要明确此概念。
2	4	补充二次离子质谱仪的工作原理图	采纳	二次离子质谱仪是一种检测精度极高的检测设备,补充该设备的工作原理图有助于对检测过程有个更清晰的认识,方便对此标准的理解。
4	5	干扰因素部分应该进行梳理,对重复部分进行合并	采纳	干扰因素部分出现重复,如表面平整度和表面粗糙度等,将重复的部分进行梳理,使得语句更精炼。
3	8.4.2	对同一样品上的点,检测时间应进行限制,应当在同一天内检测完成	采纳	同一样品上的检测点,在同一天内检测完毕,可以避免环境的变化对检测结果带来的影响,减小实验误差。
5	8.4.2	规范样品的尺寸及取点方法	采纳	由于样品架的尺寸有限,故应该明确检测样品的尺寸大小,且为避免实验的偶然性,应该在同一样品上不同部位均匀分散地取点,此处采用五点取样法,通过此降低实验的偶然性。